

(<sup>1</sup>Павлодарский государственный педагогический институт; <sup>2</sup>Институт органического катализа и электрохимии им.Д.И.Сокольского; <sup>3</sup>Инновационный Евразийский университет)

## ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЖЕЛЕЗОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИТНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

### Аннотация

Выполнен анализ композитных катализаторов на основе отходов производства Аксуского завода ферросплавов. Выявлены изменения электронного состояния железа на поверхности приготовленных катализаторов. Обнаружено, что после гранулирования и термообработки железо на поверхности катализатора находится в более однородной форме – преимущественно в виде иона  $Fe^{2+}$ .

**Ключевые слова:** адсорбционные свойства, завод ферросплавов, термообработка, отходы.

**Тірек сөздер:** адсорбциялық қасиеттер, феррокорытпа зауыты, термоөңдеу, қалықтар.

**Keywords:** the adsorptive properties, plant of ferroalloys, heat treatment, waste.

Исследование элементного состава отходов производства Аксуского ферросплавного завода рентгеноспектральным методом показало, что в их состав входят различные каталитически активные элементы (Cr, Mn, Fe) в достаточном количестве [1]. В связи с этим были приготовлены катализаторы на основе золо-шламовой массы для испытания в различных нефтехимических каталитических процессах.

Для выявления свойств и строения катализаторов применяли ряд физико-химических методов. Рентгенофазовый анализ показал достаточно высокое содержание соединений железа в поверхностной металлической фазе. Для более детального изучения форм железа, присутствующих на поверхности исследуемых катализаторов, применяли метод Мессбауэровской спектроскопии.

### Экспериментальная часть

Сравнивали два образца: необработанную золо-шламовую массу, а также катализатор, приготовленный на основе золо-шламовой массы, формованный и прошедший термообработку.

Приготовление катализатора осуществляли следующим образом: увлажнённый образец катализатора подвергали формованию с помощью экструдера в виде небольших гранул диаметром 1,2-1,5мм, затем сушили при 100-150 °С в течение 5 часов при скорости подъема температуры 25-30 °С/час и прокаливали при температурах 200 °С (1час), 300 °С (1час), 400 °С (1час) и 500 °С в течение пяти часов. Прокаливание, как правило, проводят при температуре более высокой, чем температура каталитической реакции.

Использование метода Мессбауэровской спектроскопии основано на возможностях, связанных с определением электронной структуры исследуемых [2]. Метод высокоэффективен при идентификации соединений как в индивидуальном виде, так и

находящихся в виде смесей; установлении валентности (степени окисления) элемента в исследуемом соединении, его спинового состояния, координационного числа, степени ковалентности химических связей; позволяет исследовать формирование ближнего и дальнего порядков в процессах кластеро- и кристаллообразования [3].

Мессбауэровский спектроскопический анализ образцов катализаторов проводился на спектрометре СМ 2201 при 293К. Источником служил  $Co^{57}$  в матрице хрома. Мессбауэровские спектры обрабатывались на ПК методом «наименьших квадратов».

### Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 представлена мессбауэровская спектрограмма образца порошкового катализатора. На данной спектрограмме обнаруживаются два секстета и два дублета. Секстет 1 соответствует форме, близкой по параметрам к  $\gamma-Fe_2O_3$  (маггемит, предположительно замещенная форма). Секстет 2 соответствует форме, близкой по параметрам к  $\epsilon-FeOOH$  (предположительно замещенная форма; возможно общая формула  $(Fe_{1-x}M_x)OOH$ , где M – Mg, Al, Si, Ti, Cr и т.д.). Дублет 1 отвечает железу в валентном состоянии  $Fe^{2+}$ . Дублет 2 – состоянию  $Fe^{3+}$ .

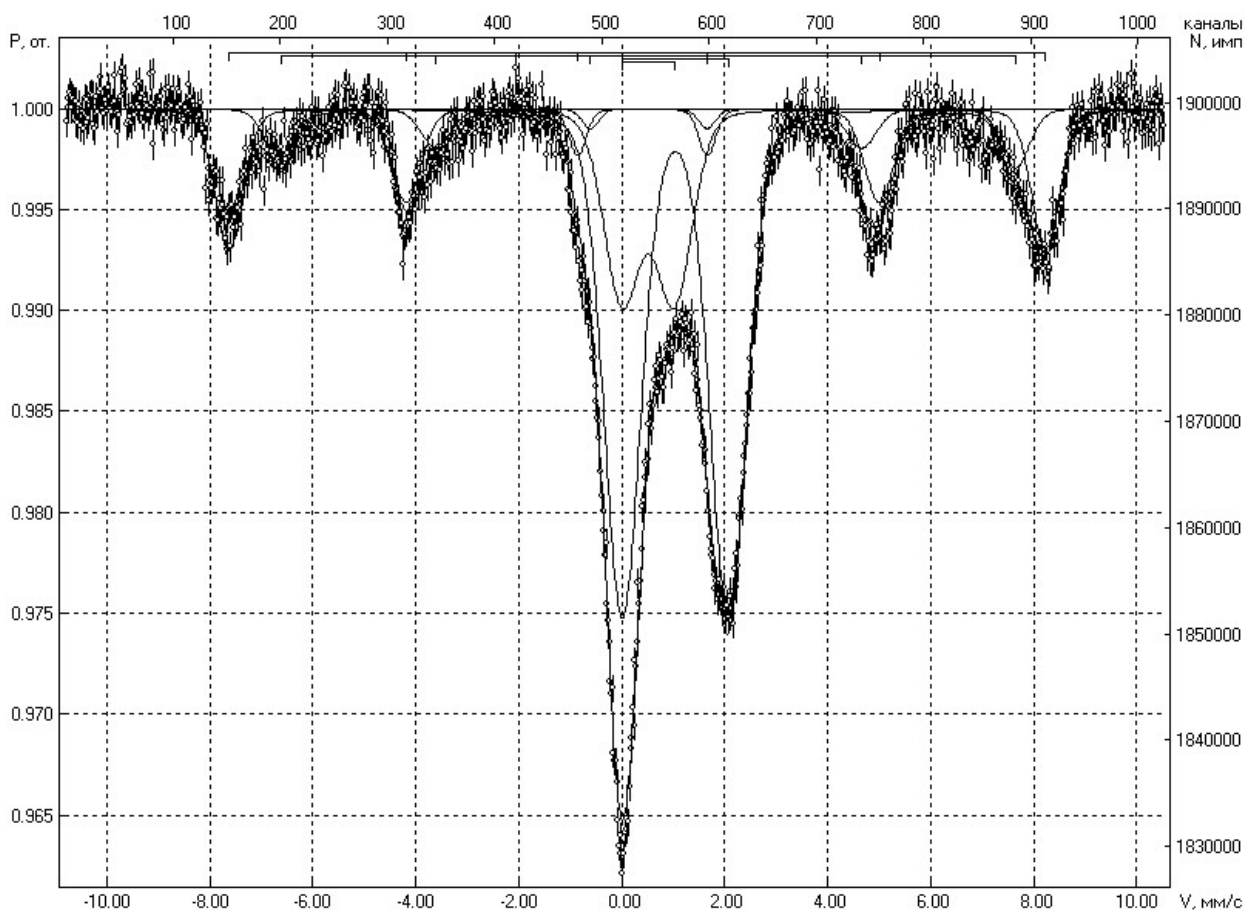


Рисунок 1 – Спектрограмма образца порошкового катализатора

Данные спектрометрического анализа образца порошкового катализатора представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Данные спектрометрического анализа образца порошкового катализатора

№	Имя	Is,мм/с	Qs,мм/с	H,кЭ	S отн.,%	G,мм/с
1	Sextet_1	0.36	-0.10	493	21	0.6534
2	Sextet_2	0.52	-0.01	443	9	0.6534
3	Doublet_1	1.04	2.06		51	0.8428
4	Doublet_2	0.51	1.00		19	0.8428

На рисунке 2 представлена мессбауэровская спектрограмма образца гранулированного катализатора. На спектрограмме обнаруживаются только два дублета. Дублет 1 отвечает железу в валентном состоянии  $Fe^{2+}$ . Дублет 2 – состоянию  $Fe^{3+}$ .

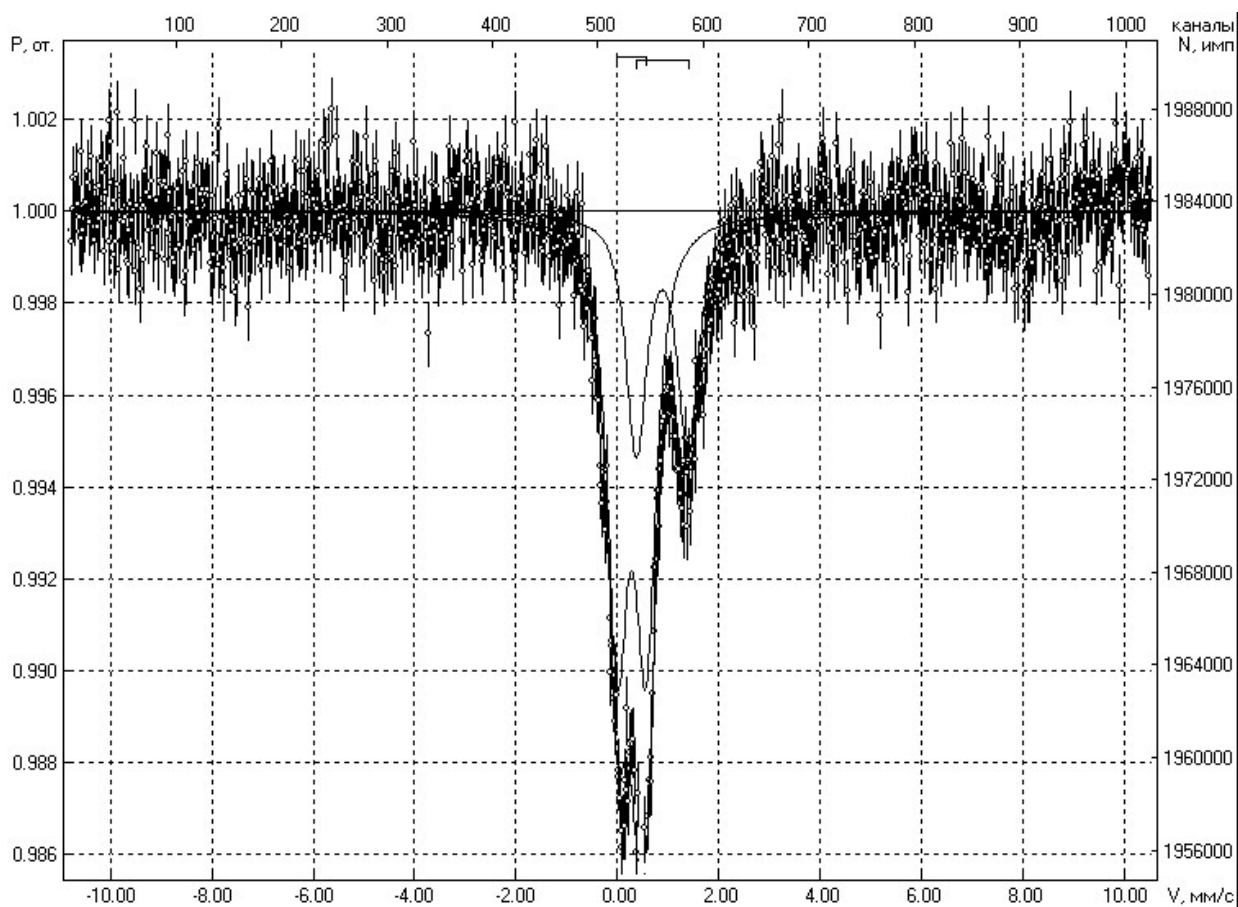


Рисунок 2 – Спектрограмма образца гранулированного катализатора

Данные спектрометрического анализа образца гранулированного катализатора представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Данные спектрометрического анализа образца гранулированного катализатора

№	Имя	Is,мм/с	Qs,мм/с	S отн.,%
1	Doublet_1	0,28	0,56	64
2	Doublet_2	0,89	1,04	36

Таким образом, мессбауэровская спектроскопия позволяет установить, что после гранулирования и термообработки железо на поверхности катализатора находится в более однородной форме – преимущественно в виде иона Fe<sup>2+</sup>.

## ЛИТЕРАТУРА

1 Шоманова Ж.К., Ташмухамбетова Ж.Х., Сафаров Р.З., Носенко Ю.Г., Калиакпаров А.Г., Шоманов А.С. Элементный анализ отходов производства АЗФ // Известия национальной академии наук РК. Серия химии и технологии. – 2013. – №1. – С. 35-41.

2 Гольданский В.И., Макаров Е.Ф. Химические применения мессбауэровской спектроскопии. – М.: Мир, 1970. – 504 с.

3 Фабричный П.Б., Похолок К.В. Мессбауэровская спектроскопия и ее применение для химической диагностики неорганических материалов. Конспект курса лекций для студентов старших курсов и аспирантов химического факультета –М.: МГУ, 2008. – 141 с.

## LITERATURA

1 Shomanova Zh.K., Tashmuhambetova Zh.H., Safarov R.Z., Nosenko Ju.G., Kaliakparov A.G, Shomanov A.S. Jelementnyj analiz othodov proizvodstva AZF // Izvestija nacional'noj akademii nauk RK. Serija himii i tehnologii. – 2013. – №1. – S. 35-41.

2 Gol'danskij V.I., Makarov E.F. Himicheskie primenenija messbaujerovskoj spektroskopii. – M.: Mir, 1970. – 504 s.

3 Fabrichnyj P.B., Poholok K.V. Messbaujerovskaja spektroskopija i ee primenenie dlja himicheskoj diagnostiki neorganicheskikh materialov. Konspekt kursa lekcij dlja studentov starshih kursov i aspirantov himicheskogo fakul'teta –M.: MGU, 2008. – 141 s.

## Резюме

*Шоманова Ж.К., Бродский А.Р., Сафаров Р.З., Носенко Ю.Г.*

(<sup>1</sup>Павлодар мемлекеттік педагогикалық институты; <sup>2</sup> Д. И. Сокольский атындағы Органикалық катализ және электрохимия институты.; <sup>3</sup> Еуразиялық инновациялық университеті)

## ҚҰРАМЫНДА ТЕМІР БАР КОМПОЗИТТІК КАТАЛИЗАТОРЛАРДЫ ЗЕРТТЕУ ҮШІН МЕССБАУЭР СПЕКТРОСКОПИЯ ТӘСІЛДЕРІНІҢ ҚОЛДАНЫЛУЫ

Ақсу феррокорытпа зауыт қалдықтарының өндіру негізінде композиттық катализаторлардың талдауы жасалған. Жасалған катализаторлардың сыртында темірдің электрондық күйінің өзгерістері анықталған. Түйіршіктеу және термоөңдеу кезеннен кейін катализатор сыртындағы темір тым біртекті құрылысында табылды – көбінесе Fe<sup>2+</sup> ионы түрінде.

**Тірек сөздер:** адсорбциялық қасиеттер, феррокорытпа зауыты, термоөңдеу, қалықтар.

### Summary

*Shomanova Zh.K., Brodsky A.R., Safarov R.Z., Nosenko Yu.G.*

(<sup>1</sup>Pavlodar state teacher training college; <sup>2</sup>institute an organic catalysis and electrochemistry of D.I.Sokolsky; <sup>3</sup>innovativeEuroasian university)

## «USING OF MESSBAUER SPECTROSCOPY FOR IRON CONTAINING COMPOSITION CATALYSTS»

Analysis of manufacture wastes of Aksu Ferroalloy plant have been executed. Changes of electron condition of iron on catalyst surface are revealed. After granulation and heating iron on catalyst surface is in more homogenic form (mainly as Fe<sup>2+</sup>) have been revealed.

**Keywords:** the adsorptive properties, plant of ferroalloys, heat treatment, waste.

*Поступила 12.11.2013 г.*